(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-201202 (P2002-201202A)

(43)公開日 平成14年7月19日(2002.7.19)

(51) Int.Cl. ⁷		識別記号	FΙ			テーマコート ゙(参考)	
C08B	15/04		C 0 8 B 1	5/04		4 C 0 9 0	
D06M	15/09		D06M 1	5/09		4 L 0 3 3	
D21H	17/26		D21H 1	7/26		4 L 0 5 5	
2	21/10		2	1/10			
			審査請求	未請求	請求項の数2	OL (全 6 頁)	
(21)出願番号		特驥2000-402566(P2000-402566)	(71)出願人	0001834	184		
				日本製料	紙株式会社		
(22)出願日		平成12年12月28日 (2000. 12. 28)	月28日(2000.12.28) 東京都北区王子		化区王子1丁目4	1丁目4番1号	
			(72)発明者	細川	幸司		
				島根県沿	工津市江津町128	0 日本製紙株式会	
				社内化局	戎品開発研究所 内	7	
			(72)発明者	花田	宣弘		
				島根県沿	工津市江津町128	0 日本製紙株式会	
				社内化理	成品開発研究所 内	4	
			(74)代理人	1000745	572		
				弁理士	河澄 和夫		
						最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 カチオン化カルホ キシメチルセルロースナトリウム塩

(57)【要約】

【課題】 耐薬品性、表面改質性、定着性に優れたがわ 化かば、もメチルセルロースナトリウム塩を提供する。

【解決手段】 かば キシメチル基の置換度がが ルコース残基当たり0.4~2.0、かつがオン基の置換度がが ルコース残基当たり0.01~1.0であることを特徴とするカチオン化かば キシメチルセルロースナトリウム塩。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 かば キシメ か基の置換度が が ルコース 残基当たり0.4~2.0、かつが お 基の置換度が が ルコース 残基当たり0.01~1.0であることを特徴とする カチオン 化かば キシメチルセルロースナトリウム 塩。

【請求項2】 かば やメシル基の置換度(CM-DS)とかけン基の 置換度(CT-DS)が下記式1を満たす請求項1記載のかけなン化か は、キシメシャレレースナトリウム塩。

 $0.01 \le (CT-DS/CM-DS) \le 0.5$ ····式 1

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明はカチオン化カルボキシメチルセルuースナトリウム塩(以下、カチネン化CMCと略す)に関するものである。なお、カチオン化CMCは、増粘剤、凝析剤、凝集剤、定着剤、分散安定剤、洗濯用仕上げ剤、泥水用調整剤、製紙における歩留まり向上剤、沪水性向上剤、繊維および繊布等における帯電防止剤、手触り改良剤、化粧品、シャンプー、リンス、トリートメント等の配合剤、糊剤、接着剤、インク等の配合剤等として使用できる。

[0002]

【従来の技術】従来より、カルボキシメチルセルローステリウム塩(以下、CMCと略す)は、アニネル性の水溶性高分子として、増粘性、接着性、分散性、乳化安定性、保護コロイド性、フィルム形成性等の特徴を有すため、食品工業、医薬品工業、化粧品工業、繊維工業、製紙工業等、広範な分野で使用されている。

【0003】CMCの耐薬品性、分散安定性、保護20仟性、科外中で一性等の物性を大きく左右する因子として、かば、おメメチル化反応の均一性が挙げられる。即ち、溶媒法によるCMCの製造法は、先ずセルロースにアルがリを作用させてアルがリセルロースを調製し、その後エーテル化剤としてモノクロル酢酸を添加して、エーテル化反応を行うのが一般的である。

【0004】しかし、アルカリセルロースを調製後にモノクロル酢酸を エーテル化剤として使用する場合、強酸に近いモノクロル酢酸と 強アルカリであるアルカリセルロース中の水酸化ナトリウムが急激に中和反応を起こし、それにより発生する中和熱によって系内の 温度が局部的に上昇し、モノクロル酢酸添加中不均一にエーテル 化反応が進行するため、カルボキシメテル基が不均一に置換される結果となっていた。

【0005】そこで、CMCの耐薬品性、分散安定性、保護30件、性、科外心・性等の物性を改良させるために、カルギキンメチル化反応を均一に行うことで対処する試みがなされてきた(特公昭60-35361号公報等)。特公昭60-35361号公報では、アルカリを含むアルコール水溶液中でも比較的安定で加水分解速度の遅いエーテル化剤として、CMCの反応溶媒として最も一般的に使用されるイソプロビルアルコールのモノクロル酢酸エステル(モノクロル酢酸イソプロビル)を用いて、CMCの製造を行う方法が提示されている。

【0006】しかし、この方法で、モノクロM酢酸イソプ pピ ルを得るためには、ペンセ゚ンなどの溶媒の存在下、モノクロM酢

酸をイソプロピルアルコールで煮沸する程の温度で、20~24時間 反応させなければ95%程度のエステル化率のものが得られな いなど、その調製は煩雑であり、また長時間を要する等 の問題があった。

【0007】また、エーラル化剤として、塩タイプであるモノクロ 暦酸サトリウムを使用する方法も考えられる。しかし、モノクロ 暦酸と比較し、添加時の中和反応に起因する発熱は生じないものの、反応効率の低下を招く水以外の溶媒に殆ど溶解しないこと、また高価であるという問題点があった。

【0008】一方、特公昭45-20318号公報には、第4級 窒素含有セルロースエーテルとして、カルボキシル基とカテネン基を併せ持つセルロース誘導体を提示している。しかし、定着剤や表面 改質剤として満足できるものではなかった。

[0009]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記のような従来技術の問題を解決するために創案されたものであり、CMCの物性改良品として、定着剤や表面改質剤として優れた性能を有するがか化CMCを提供することにある。

[0010]

【発明を解決するための手段】本発明者等は、CMCの耐薬品性、分散安定性、保護コロイド性、チネットロピー性等の物性改良について鋭意検討を重ねた結果、セルルースに特定割合のカルポキシメチル基とがチン基を導入することで、アニオン性の水溶性高分子であるCMCでは有さない物性を発現することを見出し、この知見に基づいて本発明を成すに至った。

【 O O 1 1 】 即ち、本発明は、カルボ キシメチル基の置換度(CM -DS)がゲルコース残基当たり0.4~2.0、かつカテオン基の置換度(CT-DS)がグルコース残基当たり0.01~1.0であることを特徴とするカチオン化CMCに関するものである。

[0012]

【発明実施の形態】本発明のカチオン化CMCは、CMCを発底原料としカチオン化反応を行うか、セルロースを発底原料としカチオン化反応、次いでカルボキシメチル化反応を行うか、カチオン化反応とカルボキシメチル化反応を同時に行うことで製造される。即ち、カチオン化反応はカルボキシメチル化反応の前後または同時のどの時期で反応しても良い。

【 O O 1 3 】 セルロース原料としては、晒または未晒木材がルプ、精製リンター、酢酸菌等の微生物によって生産されるセルロース等の天然セルロースや、セルロースを銅アンモニア溶液、モルリン誘導体等何らかの溶媒に溶解し、改めて紡糸された再生セルロース、および上記セルロース系素材を酸加水分解、アルリ加水分解、酵素分解、爆砕処理、振動が一ルシル処理等によって解重合処理した微細セルロースまたは機械的に処理した微細セルロースが例示される。

【0014】CMCは溶媒法または水媒法いずれかの方法で製造された市販品だけでなく、公知のカルボキシメチル化方法、例えば、上記セルロース原料を水酸化ナトリウムなどのアルカリで

マーセル化し、次いでモノクロル酢酸またはモノクロル酢酸ナトリウムでエーテル化後に得られた未乾燥未精製CMCも使用可能である。また、カチオン化したセルロースをかが、キシメチル化することも、上記の方法で同様にすることができる。

【0015】本発明では、CM-DSが0.4~2.0であるCMCを用いる。この範囲を外れると、定着性、表面改質性において効果が得られない。0.4未満であれば、CMCとしての特徴が見られず、2.0を越えると、たれ化度が強くなり過ぎ、がお基導入の効果が得られないために好ましくないからである。更に好ましくは、0.6~1.8である。

【0016】か対ン化反応は、上記やルースまたはCMCを発底原料に対し、3~20重量倍の低級アルコール、具体的にはメタノール、エタノール、n-ブ・ロ・ルアルコール、イソブ・ロ・ルアルコール、n-ブ・タノール、イソブ・タノール、第3級ブ・タノール等の単独、または2種以上の混合物と水の混合媒体と発底原料のグ・ルコース残基当たり0.01~15倍モルの水酸化アルが出金属、具体的には水酸化ナトリウム、水酸化がウムを使用し、低級アルコールと水の合計に対する低級アルコールの割合が75~95重量%からなる組成の混合媒体中で発底原料をマーセル化処理後、が対ン化剤を発底原料のグ・ルコース残基当たり0.01~5.0倍・砂添加し、反応温度30~90℃、好ましくは40~80℃、かつ反応時間30分~10時間、好ましくは1時間~4時間反応させ、CT-DSが0.01~1.0になるように調節する。

【0017】本発明に使用するがお火化剤としては、ケリシジルトリアはパンモコムハライドあるいはそのハロトドリン型のものが使用できる。それらを例示するならば、ケリシジルトリメチルアンモコムクロライド、ケリシジルトリメチルアンモコムクロライド、ケリシジルトリメチルアンモコムクロライド、ケリシジルトリメチルアンモコムクロライド、ケリシジルトリメチルアンモコムプロミド、3-クロロー2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモコウムグロリトで、3-クロロー2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモコウムプロミド等が挙げられる。この添加量は所望するCT-DSにより任意に選択されるが、原料セルロースもしくはCMCのグルコース残基当たり0.01~5.0倍モル、好ましくは0.05~3.0倍モルが適当である。かた水化剤の添加量が原料のグルコース残基当たり0.01倍モル未満であれば、導入されるかおり、基のプルコース残基当たり5.0倍モルを越えると、かおり性が強くなり過ぎかがキシメチル基とかおり、ランスが崩れ、物性低下に繋がり好ましくない。

【0018】また、
がか化反応の触媒として、水酸化計りな、水酸化削りなのような水酸化デルが1金属を
がおか化剤の 種類に応じて適宜添加される。
触媒量は、
がおか化剤が第 4級は、
がけいの場合、
がおい化剤1もい当たり0.01~1.0をいであるが、
がおか化剤が第4級ハロドリンの場合、
がおか化剤1もい当たり1.0~3.0をいである。
触媒量が0.01もい(第4級は、
がけい使用時)もしくは1.0もい(第4級ハロドリン使用時)未満の場合、
触媒量が少な過ぎて反応速度が低下し実用的ではなく、1.0もい(第4級により)ではなく、1.0もい(第4級は、
はいり、使用時)を越えると、
副反応が促進されるためと考えられるが、
がおいれ剤の有効利用率が著しく低下し好ましくない。よって、反応系内の水酸化デルが1金属の含有量が上記範囲になるように、
がおいれ剤添加前後に水酸化 7Mが金属を添加したり、また鉱酸および有機酸で中和することで触媒量を調節する。

【0019】本発明では、CD-DSが0.01~1.0が好ましい。この範囲を外れると、定着性、表面改質性において効果が得られない。CT-DSが0.01未満であれば、
がお基導入の効果が得られず、1.0を越えると、
がお、性が強く為り過ぎてかば、お水基とかが、基のバランスが崩れるために好ましくないからである。

【0020】特に、本発明のがか化CMCはCM-DSとCT-DSが下記式1の関係になるものがより好ましい。式1の関係を満たす場合が、特にかがもりが基(7にか性)とがかを基(1がないが、力スが取れ、定着性、表面改質性等に効果を発揮する。

 $0.01 \le (CT-DS / CM-DS) \le 0.5$ ···式 1

【0021】かがキジメチル化反応およびがチャン化反応終了後、残存した水酸化アルが金属を鉱酸または有機酸により中和後、常法により洗浄、精製、乾燥、粉砕することで目的とするがか化CMCを得ることができる。

【0022】本発明のがお化CMCは、増粘剤、凝析剤、 凝集剤、定着剤、分散安定剤、洗濯用仕上げ剤、泥水用 調整剤、製紙における歩留まり向上剤、戸水性向上剤、 繊維および繊布等における帯電防止剤、手触り改良剤、 化粧品、シャンプー、リンス、トリートメント等の配合剤、糊剤、接着 剤、インク等の配合剤等として使用できる。配合量は、用 途により適宜求めることができる。

[0023]

【実施例】以下、本発明の実施の形態を実施例により説明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。なお、配合量を示す「部」はすべて「重量部」を示した。

【 O O 2 4 】 [実施例 1] 回転数を100rpmに調節した二軸ニーゲーに99%イソプロピルアルコール1270部と水酸化ナトリウム85.0部を水192部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセルロースを調製後、さらに、攪拌しつつ90%イソプロピルアルコール150部に溶解したモノクロル酢酸87.0部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。その後、水酸化ナトリウム5.0部、3-クロロー2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンチニウムクロリド50%水溶液46.5部を添加し、さらに70℃で120分間反応させた。反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 0.58、CT-DS 0.051のカチオン化CMCを得た。

【 O O 2 5 】 [実施例 2] 回転数を500rpmに調節したせん * ラブルフラスコに99%イソプロピルアルコール680部と水酸化ナトリウム30.0 部を水85.0部に溶解したものとを加え、市販のCMC(サンローズF300HC、日本製紙製)を絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌後、さらに、攪拌しつつ3-クロロ-2-tドロキシプロピルトリメチルアンチニウムクロリド50%水溶液140部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 0.87、CT-DS 0.120のがオン化CMCを得た。

【 O O 2 6 】 [実施例3]回転数を100rpmに調節した二軸ニーゲーに99%(イソプロピルアルコール1900部と水酸化ナトリウム99.0部を水100部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセルロースを調製後、さらに、攪拌しつつ、酢酸70.0部と3-クロロー2-ヒト゚ロキシプロピルトリメチルアンチュウムクロリド50%水溶液465部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。その後、水酸化ナトリウム138部、モクウル酢酸ナトリウム430部を添加し、さらに70℃で120分間反応させた。反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 1.41、CT-DS 0.313のカチオン化CMCを得た。

【 O O 2 7 】 [比較例 1] 市販CMCとして、サンローズF300H C(日本製紙製 CM-DS 0.87)を用いた。

【0028】[比較例2]回転数を100rpmに調節した二 軸ニーダー しこ99%イソプ ロピ ルアルコール2500部と水酸化ナトリウム199部 を水200部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを 絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセ ルロースを調製後、さらに、攪拌しつつ、酢酸145部と3-クロロ -2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリド50%水溶液930部を添 加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。反応終 了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕 し、CT-DS 0.723のカチオン化セルロースを得た。このカチオン化セルロー ス200部を発底原料として、再度回転数を100rpmに調節し た二軸ニーダーに99%イソプロピルアルコール1900部と水酸化ナトリウム9 9.0部を水100部に溶解したものとを加え、30℃で90分間 攪拌、混合後、さらに、攪拌しつつ、酢酸70.0部と3-70 ロー2-ヒド ロキシプ ロビ ルト リメチルアンモニウムクロリド 50%水溶液465部を添 加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。その 後、水酸化ナトリウム141部、モノクロル酢酸ナトリウム460部を添加 し、さらに70℃で120分間反応させた。反応終了後、80% メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 1. 41、CT-DS 1.037のカチオン化CMCを得た。

【 O O 2 9 】 [比較例 3] 回転数を500rpmに調節したセハ ' ラブ ルフラスコに99%イソプ ロピ ルアルコール950部と水酸化ナトリウム4.5部を水50部に溶解したものとを加え、市販のNa-CMC(サルロース ' F300HC、日本製紙製)を絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌後、さらに、攪拌しつつ3-クロロー2-tト゚ ロキシブ・ロピ ルトリメチルアンモコウムクロリト' 50%水溶液20部を添加し、30分で70℃に昇温し、30分間反応させた。反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 0.87、CT-DS 0.009のカチャン化CMCを得た。

【 O O 3 O 】 [比較例4]回転数を100rpmに調節した二軸ニーダーに99%(イソプ ロピ ルアルユール711部と水酸化ナトリウム53.5部を水89部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセ ルロースを調製後、さらに、攪拌しつつ90%(イソプ ロピ ルアルユール12 0部に溶解したモ/クロル酢酸59.0部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。その後、水酸化ナトリウム12.0部、3-クロロー2-tド ロキシ プ ロピ ルトリメチルアンチニウムクロリド 50%水溶液142部を添加し、さらに70℃で120分間反応させた。反応

終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 0.35、CT-DS 0.114のカチオン化CMCを得た。

【0031】 [比較例5] 回転数を100rpmに調節した二 軸ニーダーイニ99%イソプロピルアルコール2500部と水酸化ナトリウム318部 を水300部に溶解したものとを加え、市販の溶解パルプを 絶乾で200部仕込んだ。30℃で90分間攪拌、混合しアルカリセ ルロースを調製後、さらに、攪拌しつつモノクロル酢酸ナトリウム450 部を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。 反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中和、脱液、乾燥、 粉砕し、CM-DS 1.51のNa-CMCを得た。このNa-CMC200部 を発底原料として、再度、回転数を100rpmに調節した二 軸ニーダーに99%イソプロピルアルコール2810部と水酸化ナトリウム210部 を水190部に溶解したものとを加え、30℃で90分間攪 拌、混合後、さらに、攪拌しつつモノクロル酢酸ナトリウム298部 を添加し、30分で70℃に昇温し、90分間反応させた。そ の後、水酸化ナトリウム16.0部、3-クロロ-2-ヒドロキシプロビルトリメチル アンモニウムクロリド50%水溶液151部を添加し、さらに70℃で120 分間反応させた。反応終了後、80%メタノールで2回洗浄、中 和、脱液、乾燥、粉砕し、CM-DS 2.03、CT-DS 0.107のカ オオン化CMCを得た。

【0032】[試験法]

1) カルポキシメチル化度(CM-DS)の測定方法

以下に示す2種の方法により、CM-DSを求めた。なお、CM-DSが1.0以下の場合は、硝酸メタノール法で、CM-DSが1.0を越える場合は、灰分アルが法で測定した。

<;硝酸メタノール法>;試料約2.0gを精秤して、300ml 共栓付き三角フラスコに入れた。硝酸メタノール(無水メタノール1Lに特級濃硝酸100mlを加えた液)100mlを加え、3時間振とうして、カルボキシメチルセルロースナトリウム(Na-CMC)を加ボキシメチルセルロースけトリウム(Na-CMC)をかホボキシメチルセルロース(H-CMC)にした。その絶乾H-CMCを1.5~2.0gを精秤し、300ml 共栓付き三角フラスコに入れた。80%メタノール15mlでH-CMCを湿潤し、0.1N-NaOH100mlを加え、室温で3時間振とうした。指示薬として、フェノールフタレインを用いて、0.1N-H2SO4で過剰のNaOHを逆滴定した。CM-DSは次式によって、算出した。

A= $((100\times F'-0.1N-H_2SO_4(m1)\times F)\times 0.1)$ /H-CMCの絶 乾重量(g)

 $CM-DS=0.162\times A/(1-0.058\times A)$

A:H-CMC1gを中和するのに必要な1N-NaOHの量(m1)

F:0.1N-H₂SO₄ Offactor

F':0.1N-NaOHØ)factor

<;灰分アルクカ法>;試料約0.5gを精秤し、白金皿に入れ、電熱器上で炭化した。その後、電気炉(750±25℃)で $1\sim2$ 分灼熱した。冷却後、温水で可溶分を抽出し、さらに温水で洗浄しながら、完全に可溶分をビーカーへ移した。温水可溶分に $0.1N-H_2SO_4100m1$ を加え、10分間煮沸後、冷却し、指示薬としてフェノールフタレインを用いて、<math>0.1N-NaOHで過剰の H_2SO_4 を滴定した。なお、CM-DSは、次式によって算出した。

A=(100×F'-0.1N-NaOH(m1)×F)/試料の絶乾重量(g)

 $CM-DS=162 \times A/(1000-80 \times A)$

F:0.1N-H₂SO₄ Offactor

F':0.1N-NaOHO)factor

【 0 0 3 3 】 2) かか 化度(CT-DS) の 測定方法

がが、小分析法に従い、窒素含有量を測定し、CT-DSを次式によって、算出した。なお、次式はがが化剤として、 が リジゾ ハトリメチルアンモニウムハライド あるいはそのハロレド リン型を用いた場合の式である。

CT-DS=(162+80×(CM-DS))×B/(1400-133.1×B) B:窒素含有量

【0034】3)耐薬品性試験

1000mlビーカーに純水990gを注ぎ、トライアングル攪拌棒を用いて攪拌しながら、精秤したがが化CMC(無水物)10gを添加し、完全に溶解させた。溶解後、液温を25±0.2℃に調整し、BM型粘度計(東京計器社製)を用いて、回転数30rpm、3分間後の粘度の1を読みとった。また、1000mlビーカーに4%食塩水990gを注ぎ、トライアングル攪拌棒を用いて攪拌しながら、精秤したがが化CMC(無水物)10gを添加し、完全に溶解させた。溶解後、液温を25±0.2℃に調整し、BM型粘度計(東京計器社製)を用いて、回転数30rpm、3分間後の粘度の2を読みとり、粘度変化率、即ちの2/の1を計算し、耐薬品性の指標とした。なお、の2/の1の値が1に近いほど、耐薬品性は良好である。

【0035】4)表面改質性試験

かが火化CMC5部、濃ケリセリン1部、エケノール10部、メチルバラベン0.1 部、香料および精製水からなる原液(100部)に1,2-ジメトキシエタンを加え、1,2-ジメトキシエタンを加え、1,2-ジメトキンエタン/原液が30/70である組成の 毛髪化粧料(スプレー剤)を定法により製造した。長さ18cm、重さ10gの毛髪束を水で濡らし、タオルドライした後、上記毛髪化粧料を2g塗布し、直径2cmのロッドに巻いた後、自然乾燥させた。この毛髪束について、10名のパネラーが下記の基準で感触(手触り感)を評価した。

◎:未塗布毛より非常に良い、○:未塗布毛より良い、△:未塗布毛と変わらない、×:未塗布毛より悪い【0036】5)定着性試験

広葉樹晒クラフトバルブを実験用ナイアガラビーターで沪水度を480m 1CSF (カナダ標準フリーネス) に調成した。2%濃度のパルプスラリー に、スリーワンモーターにて450rpmの速度で攪拌しながら、濃度1 %カチオン化CMC水溶液の状態でカチオン化CMCを0.2%、カチオン化澱 粉0.5%、硫酸パンド0.3%、アルキルクテンダイマーを主成分とする 中性抄紙用サイズ剤0.05%、ポリアミド・エピクロルヒドリン樹脂を成 分とする紙力増強剤0.1%、軽質炭酸カルシウム10%、ポリアクリルア 計を成分とする歩留まり向上剤0.01%を、この順番で添 加し、添加終了後、3分間攪拌を続けた。このパルパ紙料 を用いてTAPPI標準の角形シートマシンで坪量60g/m2の紙を抄 き、ドラム式乾燥機にて120℃3分間乾燥した。この手抄き シートを温度20℃、相対湿度65%にて24時間調湿後、紙の引 っ張り強度(TAPPI T205に準じて測定し、列断長で示す) とステキヒトサイズ度(JIS P8122に準じて測定)を測定した。な お、列断長、ステキヒトサイズ度ともに値が大きいほど良好で あり、製紙用薬剤がパルプへよく定着し、機能を発現し たことを示す。

[0037]

【表1】表1

	置換度			耐薬品性	表面	定着性	
	CM-	CT-DS	CT-DS	η 2/η 1	感触	列断長	ステキヒトサイス*
	DS		/CM-			(km)	度(秒)
			DS				
実 1	0.58	0.051	0.088	0.75	0	3.8	35
実 2	0.87	0.120	0.138	0.81	0	3.8	37
実 3	1.41	0.313	0.222	0.77	0	4.0	38
比1	0.87	-	-	0.57	Δ	3.3	20
比 2	1.41	1.037	0.735	0.39	0	3.4	24
比3	0.87	0.009	0.010	0.58	Δ	3.2	19
比4	0.35	0.114	0.326	0.13	×	3.1	19
比5	2.03	0.107	0.053	0.54	Δ	3.5	22

[0038]

【発明の効果】本発明のがオオン化CMCは、両性イオンポリマーとして、耐薬品性、表面改質性、定着性に優れ、これらの物性の釣り合いがとれたものである。従って、増粘剤、凝析剤、凝集剤、定着剤、分散安定剤、洗濯用仕上げ

剤、泥水用調整剤、製紙における歩留まり向上剤、沪水 性向上剤、繊維および繊布等における帯電防止剤、手触 り改良剤、化粧品、シャンプー、リンス、トリートメント等の配合剤、 糊剤、接着剤、インク等の配合剤等として有用である。

【手続補正書】

【提出日】平成13年3月5日(2001.3.5)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正内容】

【0033】2)がか化度(CT-DS)の測定方法

ゲルゲール分析法に従い、窒素含有量を測定し、CT-DSを次式によって、算出した。なお、次式は、カチオン化剤として <u>ゲリシゲルトリメチルアンモコカムクロライドあるいはそのクロロトドリン型</u>を用いた場合の式である。

 $CT-DS=(162+80\times(CM-DS))\times B/(1400-151.6\times B)$

B:窒素含有量

【手続補正書】

【提出日】平成13年3月5日(2001.3.5)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正内容】

【OO33】2)がか化度(CT-DS)の測定方法

ゲルゲール分析法に従い、窒素含有量<u>(%)</u>を測定し、CT-DSを次式によって、算出した。なお、次式は、がオン化剤として<u>ゲリシジルトリメテルアンモニウムクロライドあるいはそのクロロヒドリン</u>型を用いた場合の式である。

 $CT-DS=(162+80\times(CM-DS))\times B/(1400-\underline{151.6}\times B)$

B: 窒素含有量 (%)

フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 伸治

島根県江津市江津町1280 日本製紙株式会 社内化成品開発研究所内 F ターム(参考) 4C090 AA05 BA29 BB12 BB36 BB52 BB62 BB99 BD06 BD18 BD34

CA28 DA26

4L033 AA01 AA04 AB01 AB03 AB04

AC06 AC12 CA05

4L055 AG46 AH18 AH50 EA29 FA08

FA30